

UNIVERSIDADE DO CONTESTADO - UnC
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM ENGENHARIA CIVIL,
SANITÁRIA E AMBIENTAL

MARINARA DA SILVA MACHADO

UTILIZAÇÃO DE CELULOSE PROVENIENTE DE RESÍDUOS DA AGRICULTURA
COMO REFORÇO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

CONCÓRDIA

2021

MARINARA DA SILVA MACHADO

UTILIZAÇÃO DE CELULOSE PROVENIENTE DE RESÍDUOS DA AGRICULTURA
COMO REFORÇO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

Dissertação apresentada como exigência parcial para obtenção do título em Mestra de Engenharia Civil, Sanitária e Ambiental, ministrado pela Universidade do Contestado – UnC, Campus Concórdia, sob Orientação do Professor Dr. Eduardo Roberto Batiston.

CONCÓRDIA

2021

Catálogo na fonte – Biblioteca Universitária Universidade do Contestado
(UnC)

M149u
2021

Machado, Marinara da Silva

Utilização de celulose proveniente de resíduos da agricultura como reforço em materiais cimentícios / Marinara da Silva Machado ; orientador: Dr. Eduardo Roberto Batiston. – 2021.

49 f. il. color. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia Civil, Sanitária e Ambiental) – Universidade do Contestado, Concórdia, 2021.

Bibliografia: f. 44-48

1. Engenharia civil. 2. Engenharia sanitária. 3. Microcristalina - Adição. 4. Palha de milho. 5. Pasta de cimento. I. Batiston, Eduardo Roberto (orientador). II. Universidade do Contestado. Programa de Mestrado Profissional em Engenharia Civil, Sanitária e Ambiental. III. Título.

CDD 21. ed. 620.007

Elaboração: Josiane Liebl Miranda (CRB-14: 1023)

UTILIZAÇÃO DE CELULOSE PROVENIENTE DE RESÍDUOS DA AGRICULTURA
COMO REFORÇO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

MARINARA DA SILVA MACHADO

Esta dissertação foi submetida ao processo de avaliação pela Banca Examinadora para a obtenção do Título de:

Mestre em Engenharia Civil, Sanitária e Ambiental

E aprovado na sua versão final em 28 de Julho de 2021, atendendo às normas da legislação vigente da Universidade do Contestado e Coordenação do Programa de Mestrado.

Prof. Dra. Aline Viancelli
Coordenadora do Programa de Mestrado

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Eduardo Roberto Batiston
(Orientador)

Prof. Me Lucas Onghero
(Avaliador)

Prof^a. Dra. Cecilia Ogliari Schaefer
(Avaliadora)

*Á minha família e amigos.
Que as horas que deixamos de passar juntos,
nos permita um futuro melhor.*

AGRADECIMENTOS

Todos que passam por nossa vida de alguma forma, nos ensinam.

Agradeço primeiramente a Deus, por permitir o início dessa nova jornada e certamente estar presente em todos os momentos.

Ao Guilherme, pelo apoio, amor incondicional, carinho e principalmente pela paciência neste período de mestrado, vibrando comigo dia após dia e caminhando ao meu lado como um verdadeiro parceiro e amigo.

Aos meus pais pelo apoio e amor de sempre, além de todos os ensinamentos. Agradeço também pela luta diária para que eu pudesse me formar como arquiteta e urbanista, parte disso tudo é para dar orgulho a vocês, retribuindo tudo o que fizeram por mim até aqui.

Ao meu irmão por toda ajuda, principalmente com os corpos de prova e conselhos.

Ao PROGRAMA UNIEDU/FUMDES PÓS-GRADUAÇÃO, pelo apoio financeiro através de bolsa de incentivo a pesquisa.

Ao prof. Me. William pela ajuda no laboratório e por ter sido um verdadeiro padrinho durante toda a minha pesquisa.

À Coordenadora do programa de Pós-graduação Dr^a. Aline, pela preocupação, parceria, aprendizado, amadurecimento e risadas.

Ao prof. Dr. Eduardo por ter aceitado me orientar e contribuir para a finalização de minha dissertação.

A todos os professores que contribuíram de uma forma verdadeiramente especial, somando para minha vida profissional e pessoal.

*Aprender é a única coisa que a mente não se cansa, nunca tem medo e não se arrepende.
(Leonardo da Vinci)*

RESUMO

O desenvolvimento de produtos de matrizes cimentícias utilizando adição de subprodutos da agroindústria é de grande interesse quando pensamos em valorizar resíduos, essas fibras têm várias vantagens sobre as fibras sintéticas, incluindo baixa densidade, renovabilidade, não abrasividade, abundância e baixo custo (ABILASH E SIVAPRAGASH 2013; ALBUQUERQUE ET AL. 2000). Por isso, estudos foram desenvolvidos para avaliar o potencial da aplicação de resíduos da agricultura na construção civil, justificam-se a adição de celulose proveniente a partir da palha do milho, material abundante na natureza e com altos índices celulósicos quando comparado a outros tipos de resíduos vegetais, na pasta de cimento, com o propósito de minimizar a utilização de cimento através de propriedades mecânicas com desempenho favorável, minimizando ainda a emissão de CO₂ proveniente de sua fabricação, tendo o potencial para proporcionar um benefício ambiental. O desempenho mecânico de um compósito contendo fibra natural depende fortemente da natureza das fibras e da qualidade das fibras. Para melhorar a adesão das fibras na matriz cimentícia e garantir um nível mínimo de qualidade do produto, as fibras naturais são normalmente pré-tratadas antes de serem incorporadas aos compósitos. A palha de milho demonstrou-se um material com características benéficas após o pré- tratamento para obtenção de celulose e adicionada a compósitos de cimento, aumentando as propriedades mecânicas da mistura. Para isso, a palha do milho proveniente da cultura do milho recebeu pré-tratamento de solução de NaOH com radiação de micro-ondas e branqueamento, em diferentes concentrações, estas foram determinadas a partir do planejamento experimental do tipo Composto Central Rotacional 2⁴ (CCRD) para a modelagem das condições ótimas da obtenção de celulose, onde as variáveis que se sobressaíram foram a potência do micro-ondas e tempo. Posteriormente produzido em maior quantidade, a celulose foi adicionada a compósitos cimentícios em moldes prismáticos. Os resultados indicam que a adição de 0,2% de celulose na pasta de cimento aumentou em 30,34% a resistência à tração na flexão e 24,75% de aumento de resistência à compressão, com adição de 0,4% de fibra. Desta forma, evidencia-se que a adição de celulose em pasta de cimento possui resultados relevantes, embora seja necessário observar que a adição em maiores concentrações poderá saturar as amostras e conseqüentemente diminuir as propriedades mecânicas dos compósitos.

Palavras-Chave: Microcristalina. Adição. Palha de milho. Compósito. Pasta de cimento

ABSTRACT

The development of cement matrix products using aggregate addition is of great interest when we think about valuing waste. Therefore, studies have been developed to assess the potential for the application of agricultural residues in civil construction, justifying the addition of cellulose from corn straw in the cement paste, to minimize the use of cement through mechanical properties with favorable performance, while minimizing the emission of CO₂ from its manufacture, having the potential to provide an environmental benefit. For this, the corn straw from the corn crop was pre-treated with a NaOH solution with microwave radiation and bleaching, in different concentrations, these were determined from the experimental design of the Central Rotational Compound 2⁴ (CCRD) type. , for modeling the optimal conditions for obtaining cellulose, where the variables that stood out were microwave power and time. Subsequently produced in larger quantities, the cellulose was added to cementitious composites in prismatic molds. The results indicate that the addition of 0.2% of cellulose in the cement paste increased by 30.34% of the flexural strength and 24.75% increase in compressive strength, with the addition of 0.4% of fiber. Thus, it is evident that the addition of cellulose in cement paste has relevant results, although it is necessary to note that the addition in higher concentrations can saturate the samples and consequently reduce the mechanical properties of the composites.

Keywords: Microcrystalline. Addition. Corn Straw. Composite. cement paste

Figura 1: Classificação das fibras.....	15
Figura 2: Estrutura Molecular da Celulose	19
Figura 3: Variação da taxa de liberação de calor com o tempo.....	22
Figura 4: Experimento T203, conforme TAPPI	27
Figura 5: Exemplos ilustrativo de ruptura dos CPs.....	29
Figura 6: a) Amostras no forno mufla, b) aferição da massa, c) amostras calcinadas.	31
Figura 7: Amostras com respostas negativas.....	32
Figura 8: Superfícies respostas para R_{eff} (%) em função da concentração de NaOH e potência (a), relação e NaOH (b), tempo de reação e NaOH (c), relação e potência (d), tempo de reação e potência (e) e relação e tempo de reação (f).	36
Figura 9: Palha após pré-tratamento(a); Palha após branqueamento(b)	38
Figura 10: Microscopia – 40 x aumento: Palha de milho (a); Palha de milho pós tratamento (b).....	38
Figura 11: Microscopia – 40 x aumento: Palha de milho	39
Figura 12: Microscopia – 40 x aumento: Palha de milho pós tratamento	39
Figura 13 Resistência à tração em relação às adições celulósicas.....	40
Figura 14: Resistência à compressão em relação às adições celulósicas	41
Figura 15: Densidade, absorção de água e índice de vazios	42
Figura 16: Corpos de provas rompidos	43

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
1.1 OBJETIVOS	12
1.1.1 OBJETIVO GERAL	12
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	13
2 REFERENCIAL TEÓRICO	14
2.1 RESÍDUOS DA AGRICULTURA	14
2.2 FIBRAS DE CELULOSE	15
2.3 REFORÇO DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS	17
2.4 CELULOSE	18
2.4.1 EXTRAÇÃO DE CELULOSE	20
2.5 CIMENTO PORTLAND	21
2.5.1 HIDRATAÇÃO DO CIMENTO	22
3 MATERIAL E MÉTODOS	24
3.1 MATERIAIS	24
3.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	25
3.3 PREPARAÇÃO DE PALHA DE MILHO	25
3.4 PRÉ-TRATAMENTO E BRANQUEAMENTO	26
3.5 APLICAÇÃO DE CELULOSE EM COMPÓSITO CIMENTÍCIO	27
3.5.1 Preparação das pastas de cimento	27
3.5.2 Resistência à tração na flexão das pastas de cimento	28
3.5.3 Resistência à compressão	29
3.5.4 Determinação da absorção de água	30
3.5.5 Determinação do grau de hidratação dos compósitos	31
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: PLANO FATORIAL	32
4.2 MERCERIZAÇÃO E BRANQUEAMENTO	37
4.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS	40
5. CONCLUSÃO	44
REFERÊNCIAS	45
APÊNDICE	49

1 INTRODUÇÃO

Na área da construção civil, há interesse em se reduzir o consumo do cimento, uma vez que este é o material manufaturado mais consumido mundialmente, e com produção estimada de mais de 4 bilhões de toneladas anualmente (POUDYAL, et al., 2021). A redução do consumo deste material poderia se dar pela substituição por outros materiais. Estudos sobre a combinação de matrizes cimentícias com materiais celulósicos, tais como fibras, celulose microcristalina, nanocristais de celulose, demonstraram que há um ganho em propriedades mecânicas do compósito produzido (SILVA et al., 2010), como resistência à tração, elasticidade transversal e hidrofobicidade.

O setor da agricultura constitui um dos principais segmentos econômicos do estado de Santa Catarina (IBGE, 2019), com expressiva produção de grãos. Como subproduto desta atividade, há geração de resíduos constituídos pela biomassa produzida como folhas, palhas, cascas, entre outros.

Estes resíduos são formados em sua grande maioria por celulose, que é um material de caráter renovável, de fácil acesso e baixo custo (MOHAMMED et al. 2014). A utilização destes resíduos oferece uma combinação de benefícios, uma vez que a celulose apresenta interessantes propriedades mecânicas, tornando-se uma alternativa a materiais tradicionais utilizados nos últimos anos, como argila expandida e poliestireno expandido (PINTO, et al., 2012).

Assim, a incorporação de materiais de base celulósica, proveniente dos resíduos da agricultura, juntamente com um consumo reduzido de cimento, contribuem para a melhoria dos produtos, economia de energia e preservação de recursos naturais.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Caracterizar as propriedades mecânicas de misturas de pasta de cimento com adição de celulose proveniente da palha de milho.

1.1.2 Objetivos Específicos

- ✓ Avaliar o processamento do resíduo vegetal, com tratamento e purificação da massa celulósica;
- ✓ Estudar os materiais com base cimentícia com incorporação de reforço celulósico;
- ✓ Avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos a partir das diferentes concentrações celulósicas.
- ✓ Avaliar as melhores variáveis do experimento para obtenção de celulose pura;
- ✓ Avaliar a condição ótima para produzir celulose para aplicação em pasta de cimento;
- ✓ Avaliar eficiência do pré-tratamento da fibra para obtenção de celulose.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 RESÍDUOS DA AGRICULTURA

A agricultura constitui um dos principais segmentos econômicos do mundo, com destaque para a cultura de grãos, do tipo trigo, arroz e milho (BAGHESTANY; YAZDANI; AHMADIAN, 2015). A partir de 1980, a adoção de inovações tecnológicas possibilitaram ganhos de produtividade expressivos, principalmente no setor de grãos, e desde então, o crescimento do agronegócio brasileiro (VIJAYAN; KRISHNAMOORTHY, 2019). A produção mundial de milho está estimada em cerca de 106,4 milhões de toneladas na safra 2020-2021 e neste cenário, o Brasil é o terceiro maior produtor (CONAB, 2021).

Após a colheita dos grãos, o restante da planta (folhas, sabugos, palha) permanece na lavoura como resíduo (DESHAVATH et al., 2018). Devido à suas características físicas e químicas, este material poderia ser reutilizado ou reintroduzido na cadeia produtiva associado a um novo produto. Neste sentido, além da valorização do resíduo, há também a possibilidade de melhoria da qualidade do produto final ao qual se adiciona o resíduo (ALZOUBI; ALBISS; ABU SINI, 2020). Na cultura do milho, 30% da biomassa lignocelulósica que permanece na lavoura é formada por folhas, palhas e bulbo, sendo rica em celulose e lignina (SONG et al., 2014).

A biomassa lignocelulósica é constituída por biopolímeros de altas massas moleculares, e sua composição pode variar em função do tipo de vegetal, mas geralmente contém em média 50% de celulose, 23% de hemicelulose, 20% de lignina e uma pequena quantidade de cinzas e extrativos (SANTOS et al., 2012). Estes biopolímeros constituem a chamada biomassa renovável terrestre (FERREIRA; DE CARVALHO DA SILVA; FERREIRA, 2013).

A palha é uma das frações do milho que mais contém celulose, cerca de 41,2% (REDDY; YANG, 2005). Além disso, a palha do milho contém 42,3% de carbono, 28,8% de hemicelulose, 7,5% de lignina e 0,82% de nitrogênio total (SONG et al., 2014).

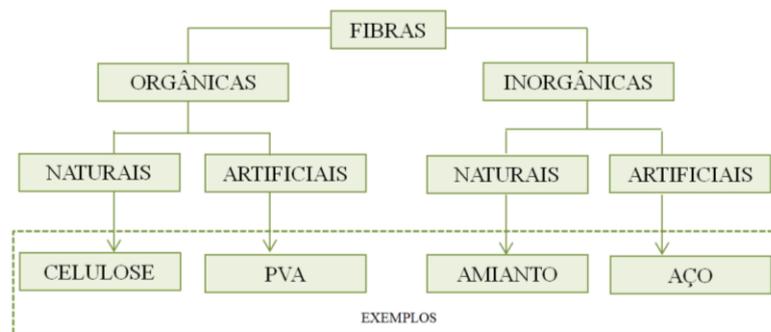
As moléculas de celulose se organizam em estruturas chamadas fibras, as quais são classificadas como fibras longas (2 e 5 mm de comprimento) ou fibras curtas (0,5 a 2 mm de comprimento). Neste sentido, as palhas do milho são

constituídas por fibras curtas que possuem um maior potencial para combater microfissuras e aumentar a resistência de materiais à base de cimento (HERLINA SARI et al., 2018).

2.2 FIBRAS DE CELULOSE

As fibras podem ser orgânicas ou inorgânicas (SILVA, 2002) e se dividem ainda, em naturais e artificiais. A Figura 1 representa um diagrama da classificação das fibras.

Figura 1: Classificação das fibras



Fonte: Adaptado de Silva, 2012

No início dos anos 70, as fibras vegetais adquiriram importância como reforço em matrizes cimentícias e a pesquisa sobre os compósitos utilizando fibras vegetais aumentou consideravelmente nos últimos anos (FARUK ET AL. 2012). Estas fibras são constituídas por microfibras de celulose, nos quais os celulósicos são arranjados em dois tipos de conformações: uma conformação amorfa, caracterizada por sua flexibilidade; e uma conformação cristalina na qual as células são colocadas em matrizes organizadas e repetitivas para formar cristais (HOYOS; CRISTIA; VÁZQUEZ, 2013). Por conta desta configuração, as fibras possuem alto módulo de elasticidade, capaz de melhorar a resistência dos compósitos cimentícios, principalmente a tração (SILVA, 2018). Oportunamente, essas fibras são obtidas de fontes renováveis e estão prontamente disponíveis a um custo relativamente baixo em comparação com fibras sintéticas (CARVALHO; BRITO, 2019).

A aplicação e desempenho dos compósitos reforçados com fibras vegetais ainda estão na dependência de alguns fatores, tais como tipo de fibra, sua origem

e dimensões, considerando que as fibras vegetais tem composição química e propriedades físicas diferente umas das outras conforme cada tipo de planta e essas diferenças podem interferir na interação entre a fibra e a matriz do compósito (SILVA et al. 2012).

Devido à menor resistência à tração e ao comportamento de ruptura frágil do concreto, utilizar reforços pode melhorar sua resistência à tração e o comportamento à fratura, já que é um material de construção amplamente utilizado para desenvolver infraestruturas (SILVA et al., 2018).

As fibras celulósicas podem agregar muito aos estudos da engenharia civil, o pó refinado, após moagem, é misturada com água e a pasta resultante é neutralizada e desidratada, obtendo partículas secas de alta fluidez e uma elevada porosidade, conforme Food Ingredients Brasil (2013), visto que são um agregado de muitos materiais ligados, as quais são unidas fortemente por pontes de hidrogênio, impedindo a sua liberação de maneira individual, obtem-se redução significativa do tamanho dos poros na matriz cimentícia de acordo com Silva et al. (2018), levando ao aumento da densidade aparente e à captação de água em comparação com as amostras de argamassa simples.

Os grupos de hidroxila presentes na celulose foi o que permitiu a absorção da água. Além disso, o uso dessas fibras em tamanhos menores e uniforme permitem que as fibras preencham os vazios entre as partículas até certo ponto, produzindo superfícies lisas e aumentando a resistência, principalmente a compressão, através de uma pasta de cimento leve. Desta forma quando comparamos nanocelulose e fibras celulósicas, os resultados induzem que as fibras tendem a ter aumento de resistência à tração na flexão, até determinadas adições já que não possuem a capacidade de reduzir os poros significativamente como nota-se na adição de nanocelulose (MOHAMMED,2014).

A celulose proveniente das fibras, possui alta rigidez, sendo essa a principal razão para adicioná-lo em materiais compósitos como reforço, elas têm sido usadas em matrizes cimentícias para absorção de som, reduzir o peso ou ainda aumentar a utilidade dos compósitos (SCHNEIDER et al., 2012).

O conceito de utilização de celulose como reforço foi originado a partir da possibilidade de explorar a elevada rigidez e resistência da celulose em aplicações compostas (LEE et al.,2014), oferecendo novas possibilidades para compósitos cimentícios como melhor desempenho mecânico.

Cao et al. (2013) afirma que estudos com adição de celulose em cimento nos Estados Unidos, na Escola de Engenharia Civil da Purdue University, já comprovaram o efeito da celulose nas propriedades mecânicas, podendo ser misturadas em pasta de cimento por exemplo, onde perceberam alterações no grau de hidratação e aumento a resistência à flexão de 20% maior em comparação com as pastas de cimento puro, após 28 dias.

2.3 REFORÇO DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS

A indústria da construção civil trabalha de maneira sistemática no desenvolvimento de materiais alternativos, com o objetivo de atribuir redução de custos, durabilidade e melhoria das propriedades do produto. Os efeitos atuais do desenvolvimento sustentável no setor da construção civil, incluem o desenvolvimento de tecnologias para o aproveitamento de resíduos como substitutos de agregados ou aglomerantes nos compósitos de cimento (MARQUES et al., 2014), estes originam as pastas de cimento, argamassa ou o concreto, ambos com a utilização de cimento Portland (SILVA, 2012).

A sustentabilidade tornou-se uma das principais preocupações da indústria da construção. Processos que consomem menos energia e poluem menos estão ganhando importância (SILVA et al., 2018). Considerando que a construção civil é uma indústria que consome volume significativo de recursos naturais e que há nela um potencial expressivo de aproveitamento de resíduos para a produção de materiais de construção, a utilização destes subprodutos industriais apresenta-se como uma contribuição para a otimização de insumos e conseqüentemente para o desenvolvimento sustentável (HOSSAIN; NG, 2020).

A incorporação de fibras em uma matriz cimentícia reforçam as propriedades mecânicas, principalmente sob os modos de carregamento que induzem tensões à tração, além de melhorarem a ductilidade e a tenacidade de uma matriz frágil (MOHAMAD et al., 2013; TRACHE et al., 2016). Os compósitos reforçados com fibras vegetais, apresentam-se como um material promissor por apresentarem baixo custo e serem abundantes (FRANCKLIN et al., 2019).

As fibras celulósicas têm sido utilizadas em matrizes cimentícias para isolamento acústico, ou ainda para reduzir o peso de compósitos, tornando-as atrativas e aumentam a utilidade do compósito (WANG et al., 2019).

O maior potencial do reforço com fibras em materiais cimentícios está no comportamento pós-fissuração, quando estas atuam de forma efetiva na absorção da energia e melhoram a resistência à tração do material (TAYLOR, 1994). Geralmente, a resistência à tração e ao módulo de elasticidade de fibras aumenta com o aumento da quantidade de celulose presente, que por sua vez depende do vegetal do qual a fibra foi extraída (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016). Isso significa que para cada tipo de fonte vegetal poderão ser obtidas fibras com características e aplicações diferenciadas (MERCÍ et al., 2015).

O tamanho reduzido da celulose pode permitir menor espaçamento entre fibras e mais interações entre a celulose e o sistema de cimento, como resultado, ter um maior potencial para combater microfissuras e aumentar a resistência do sistema e ainda melhorar a ductilidade e a tenacidade de uma matriz frágil. No entanto, o desempenho mecânico de uma matriz cimentícia contendo fibras naturais, depende fortemente da qualidade das fibras e sua adesão na matriz de cimento, contudo, as fibras normalmente são pré tratadas antes de serem incorporadas aos compósitos (SARI et al., 2018).

A incorporação de diferentes tipos e tamanhos de fibras no compósito cimentício reduz a fragilidade da matriz e aumenta a durabilidade, que é proporcional à resistência à propagação de trincas oferecida pelas fibras que atravessam a matriz (ANJU; RAMAMURTHY; DHAMODHARAN, 2016).

As fibras demonstram-se mais resistentes ao cisalhamento quando são tratadas com concentrações alcalinas de NaOH, embora estudos sugerem que sejam necessários abranger os efeitos dos parâmetros de concentração alcalina nas propriedades das fibras, para que possa haver melhoria na morfologia da superfície, conteúdo de celulose, índice de cristalinidade e propriedades químicas, térmicas e mecânicas dessas fibras com tratamento (BARUAH, 2020).

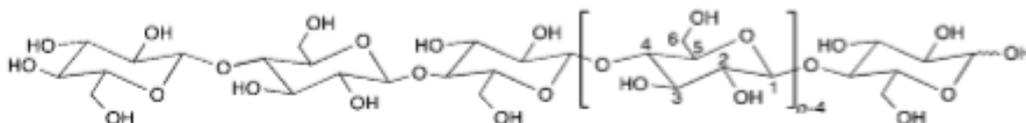
2.4 CELULOSE

A celulose foi descrita em 1838 pelo químico francês Alselme Payen (KLEMM et al., 2005), como um sólido fibroso resistente, resultado do tratamento de vários tecidos vegetais com ácido e amônia e subsequente extração com água, álcool e éter.

Sabe-se que a molécula da celulose é o principal constituinte da parede das células vegetais, onde representa cerca de 33% da massa total da planta sendo o composto orgânico mais abundante, estima-se que mais de 50% do carbono da biosfera esteja presente nas moléculas de celulose (GONÇALVES, et al. 2017).

A celulose é um polímero orgânico que consiste de ligações de glicose dispostas em cadeias lineares, onde C-1 de cada unidade de glicose está ligado a C-4 da próxima molécula de glicose (KLEMM et al., 2005). A estrutura da celulose está organizada em três níveis: a) o primeiro é definido pelas ligações covalentes da sequência dos resíduos β -D-glicopiranosídicos, formando o homopolímero de anidroglicose com ligações β -D (1 \rightarrow 4) glicosídicas; b) segundo nível é caracterizado pela organização espacial, onde as distâncias das ligações e ligações de hidrogênio intramoleculares descrevem a conformação molecular; c) o terceiro nível determina a estrutura cristalina a partir das moléculas associadas que formam os agregados (ATALLA, 1993). Essa organização (Figura 2) torna a celulose altamente funcionalizável, com ampla capacidade de modificação química e morfologias versáteis de fibras semicristalinas (KLEMM et al., 2005).

Figura 2: Estrutura Molecular da Celulose



Fonte: Klemm, 2005

Devido à alta interação intramolecular, as microfibrilas em escala nanométrica, possuem em suas cadeias de celulose algumas regiões cristalinas. Porém, também ocorrem regiões onde há certa desorientação devido à falta de interação das pontes de hidrogênio (MOON et al., 2011).

O tamanho reduzido da celulose pode permitir menor espaçamento entre fibras e mais interações entre a celulose e o sistema de cimento, (CAO ET. AL. 2013) e, como resultado, ter um maior potencial para combater microfissuras e aumentar a resistência do sistema.

O caráter hidrofílico e a capacidade de retenção de água de partículas de celulose são propriedades úteis para alcançar novos desenvolvimentos em materiais à base de cimento (HOYOS; CRISTIA; VÁZQUEZ, 2013).

Mohammed (2014), afirmou que taxas mais baixas de adição de celulose demonstraram melhores resultados e melhor performance na resistência à tração, embora a utilização de altas concentrações de celulose possa reduzir suas propriedades mecânicas devido ao aumento de aglomeração de celulose provocado, sendo altamente influenciada pela quantidade de vazios gerados (PARVEEN, 2017; PICHANDI et al., 2018). Complementa ainda que, o uso dessas fibras uniformes e em tamanhos reduzidos são capazes de preencher os vazios entre as partículas até certo ponto, produzindo superfícies lisas e aumentando conseqüentemente a resistência de uma pasta de cimento. Além disso, a celulose possui excelentes propriedades mecânicas, como resistência à tração e flexão, tenacidade, resistência ao impacto, baixa densidade, elasticidade transversal, alta hidrofiliabilidade e alta cristalinidade (MOON, 2002; NEITHALATH, 2006).

Contudo, os processos para obtenção de celulose, diferem em eficiência do procedimento, bem como nas propriedades do material a partir do método e pré-tratamento empregado, sendo necessária a remoção da hemicelulose, lignina e impurezas, para que as propriedades celulósicas se sobressaíam, já que a hemicelulose é responsável pela biodegradação, absorção de umidade e degradação térmica (Suryanto et al. 2013) e a lignina desencadeia a rigidez da fibra e afeta negativamente a estrutura, propriedades e morfologia das fibras (CASTOLDI; SOUZA; DE ANDRADE SILVA, 2019).

2.4.1 EXTRAÇÃO DE CELULOSE

A celulose pode ser obtida de matrizes lignocelulósicas por diversos processos, nos quais ocorre desmembramento do complexo lignina-celulose-hemicelulose e remoção de impurezas (lignina e hemicelulose) da fibra. A eficiência do processo de deslignificação é influenciado pela estrutura química da lignina, o qual está diretamente relacionado a cinética de reação, o consumo dos reagentes e o rendimento da polpa produzida (BARBOSA et al., 2008; BARUAH; DEKA; KALITA, 2020).

Há métodos para remoção e branqueamento, como hidrólise ácida ou alcalina e por meios físicos como a explosão a vapor, onde com alta pressão de vapor (200-450 psi) e temperatura média de 210°C por alguns minutos resulta em auto-hidrólise da hemicelulose e da lignina pelos ácidos liberados (RAMOS, 2003).

Existe ainda, processos mais rápidos para a extração de celulose, com equipamentos capazes de sintetizar velocidade, tempo e temperatura, como o procedimento de mercerização utilizando-se o micro-ondas, capaz de promover o aceleração das transformações químicas (KAPPE, 2004). A capacidade de aquecimento tem relação com o material, seja ele solvente ou reagente e sua capacidade de absorção de energia para converter em calor. A razão é que, a hemicelulose tem baixa termoestabilidade, sensível a álcalis e facilmente dissolvida com pré-tratamento termoquímico (PENG; SHE, 2014).

Outro fator de grande relevância precisa ser levado em consideração é a quantidade de reagentes presentes nas soluções, e a temperatura no processo de pré-tratamento, para que não haja a degradação da celulose independente do procedimento utilizado, pois a celulose é o material mais atraente para incorporação em matrizes cimentícias devido suas propriedades mecânicas. A partir das combinações de pré-tratamentos físico-químicos combinados, é relevante que os procedimentos mais eficientes são aqueles que removam apenas a lignina, hemicelulose e impurezas, conservando assim as propriedades da celulose (BARUAH; DEKA; KALITA, 2020).

2.5 CIMENTO PORTLAND

O cimento portland é produzido pelo aquecimento de uma mistura de calcário (94%) e argila (2%), ou outros materiais de composição a granel, a uma temperatura de cerca de 1450 °C (YEN, 2008). Durante o processo de fusão é formado clínquer, material composto por 67% de CaO, 22% de SiO₂, 5% de Al₂O₃, 3% de Fe₂O₃ e 3% de outros componentes e normalmente contém quatro fases principais, chamadas alita, belita, celita e ferrita. Durante o processo de queima ocorrem diversas reação químicas, sendo uma delas a liberação de CO₂, oriundo da decomposição do carbonato de cálcio (Equação 1) (NEVILLE; BROOKS, 2013; YEN, 2008):

Equação 1: Liberação de CO_2



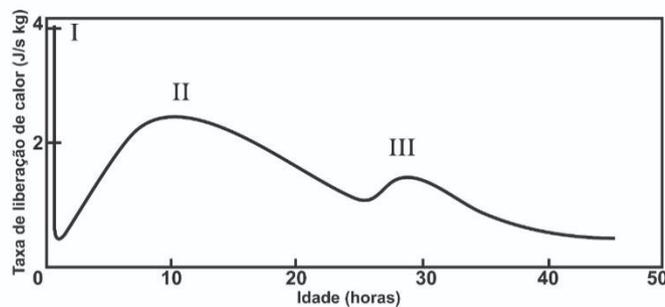
Fonte: Neville e Brooks (2013)

O cimento Portland é um ligante hidráulico obtido pela moagem de clínquer Portland, ao qual se adiciona, durante a fabricação, a quantidade necessária de uma ou mais formas de sulfato de cálcio e adições minerais (NBR 16697:2018).

2.5.1 HIDRATAÇÃO DO CIMENTO

A hidratação do cimento é uma reação exotérmica, onde a liberação de calor é indicativo da velocidade de hidratação, e seu desenvolvimento varia de acordo com as proporções de silicatos e aluminatos presentes na composição do cimento (NEVILLE; BROOKS, 2013). Essa liberação de calor ocorre em três picos (Figura 3): o primeiro refere-se à hidratação inicial do cimento, onde a partir desta reação surgirá a etringita, seguido de um resfriamento, onde a pasta de cimento é trabalhável; o segundo pico ocorre com a formação dos silicatos de cálcio hidratado (C-S-H) e hidróxido de cálcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$, atingindo uma grande taxa de liberação de calor; o terceiro pico ocorre por conta retomada da reação do C_3A (aluminato tricálcico) após o esgotamento do sulfato de cálcio (MEHTA; MONTEIRO, 2008).

Figura 3: Variação da taxa de liberação de calor com o tempo



Fonte: Adaptado de Neville (2016)

A etringita é responsável pelo fenômeno da pega e pelo enrijecimento inicial das pastas de cimento, e tem a formação de suas agulhas minutos após o início da hidratação. A reação do C_3A puro com a água resulta no enrijecimento instantâneo da pasta (pega instantânea), para impedir esse fenômeno é adicionado sulfato de cálcio ao *clinker*, sendo que a adição do sulfato em proporções inadequadas pode levar à expansão e conseqüente desagregação da pasta de cimento endurecida (MEHTA; MONTEIRO, 2008; NEVILLE; BROOKS, 2013).

O concreto simples é um material frágil, com baixa capacidade de deformação e rápida propagação de fissuras quando submetido a tensões, principalmente à tração (MEHTA; MONTEIRO, 2008). Desde a década de 1960 buscam-se alternativas para solucionar este problema. Neste contexto, a incorporação de fibras a matriz cimentícia surge como uma alternativa para minimizar essa limitação, colaborando para alcançar os índices desejados, melhorando sua ductilidade, comportamento á fissuras e aprimorando as propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade à tração e à flexão (BENTUR, MINDESS,2007; JOHNSTON,2006).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

A palha de milho, do tipo silagem (pioner 30f53) utilizada no desenvolvimento do estudo é proveniente das lavouras localizadas na região de Concórdia- S/C, com variação diametral entre 75 e 1000 μ m após moagem.

O hidróxido de sódio (Dinâmica, Brasil) e peróxido de hidrogênio (Dinâmica, Brasil) foram utilizados como reagentes para a obtenção da celulose.

Para as moldagens dos corpos de prova utilizou-se cimento CP V (Votorantim), adquirido em material de construção com as seguintes propriedades químicas e físicas apresentadas na tabela 01, disponibilizada pela empresa fabricante.

Tabela 1: Laudo técnico: Cimento CP V

Características Químicas		
	Média	Limite Normativo
MgO (%)	5,3	
SO ₃ (%)	2,8	≤ 4,5
Perda ao Fogo (%)	4,8	≤ 6,5
Resíduo Insolúvel (%)	10,8	
Características Físicas		
Tempo de pega (início) (min)	223	≥ 60
Tempo de pega (fim) (min)	263	≤600
Blaine (cm ² /g)	5057	
Finura # 400 (%)	0,3	
Resistência compressão 7 dias (MPa)	41,7	≥ 34,0
Resistência compressão 28 dias (MPa)	48,3	

Fonte: VOTORANTIM (2021)

3.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Uma metodologia de projeto central composto rotativo (CCRD) 2^4 foi utilizada para determinar a influência de potência do micro-ondas, concentração de NaOH, tempo de reação e relação palha:NaOH (Tabela 2) na extração de componentes não celulósicos da palha de milho (Rodrigues e lemma, 2011) (Apêndice 1).

Os efeitos estimados das variáveis e do modelo de coeficientes de regressão para as respostas encontradas foram submetidos à análise de variância (ANOVA), considerando um nível de confiança de 95% ($p \leq 0,05$). O processamento estatístico foi realizado por meio do software STATISTICA (versão trial).

Tabela 2: Faixas experimentais e níveis dos fatores usados no CCRD (2^4)

Variáveis	Fatores codificados				
	-2	-1	0	1	2
Potência/Micro-ondas [W]	150	300	450	600	750
NaOH [%]	1	6	11	16	21
Tempo de reação [min]	0	30	60	90	120
Relação [g/mL]	1/5	1/30	1/60	1/90	1/120

Fonte: Autora (2021)

3.3 PREPARAÇÃO DE PALHA DE MILHO

Para a obtenção de fibras, a palha de milho foi seca à sombra em condições ambientes ($\pm 25^\circ\text{C}$). Após a secagem, as palhas foram moídas em moinho tipo Willye (4 facas, 1730 rpm, 500 W, Tecnal, Brasil) com obtenção de partículas de $\sim 400 \mu\text{m}$,

As partículas retidas na peneira de $400 \mu\text{m}$ e passante na $500 \mu\text{m}$ foram utilizadas para o pré-tratamento e posteriormente submetidas ao branqueamento, com o objetivo de produzir celulose.

3.4 PRÉ-TRATAMENTO E BRANQUEAMENTO

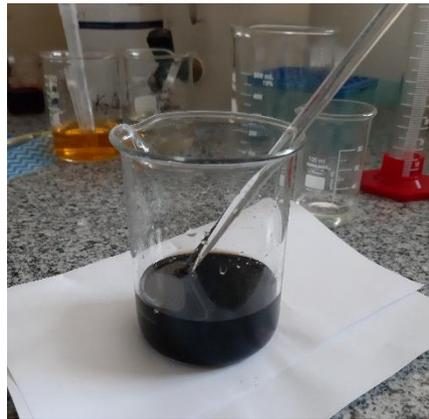
A mercerização da palha do milho no micro-ondas com solução de NaOH tem a finalidade de melhorar a durabilidade das fibras naturais para incorporação em matrizes cimentícias, onde procedimentos como o pré-tratamento para obtenção de pura celulose protegem contra a degradação causada pelo fluido alcalino dos poros da matriz (CAMANI, 2020).

A palha moída foi disposta em erlenmeyer com solução de 11% de NaOH, misturada com uma haste de vidro, onde sucessivamente as amostras foram levadas ao micro-ondas, uma vez que o equipamento otimiza reações (KAPPE, 2004). Por meio da mercerização, acontece a degradação de resíduos lignocelulósicos, aumentando o tamanho dos poros e conseqüentemente sua área de superfície, diminuindo a cristalinidade da celulose (BINOD et al., 2010).

As amostras foram agitadas a cada 10 ± 4 min para evitar decantação do micro-ondas (BARUAH; DEKA; KALITA, 2020). Após a mercerização, a celulose tratada foi submetida à filtração a vácuo e lavagem com água destilada até atingir pH neutro. As amostras mercerizadas foram submetidas ao mesmo processo de branqueamento, onde a pasta obtida foi adicionada a uma solução de 150 mL de H_2O_2 (30% v/v) em água destilada em um becker e aquecida a $55^\circ C$. A mistura foi agitada manualmente com uma haste de vidro de hora em hora, para evitar decantação prolongada, até completar 4h totais da reação. Após este procedimento, outra lavagem e filtração a vácuo foi realizada com as amostras. O material resultante foi disposto em vidros de petry semi destampado e deixado em estufa a $55^\circ C$, por 18 h para redução de umidade e então as amostras resultantes foram pesadas.

O material seco, não pode ser como sendo alfa-celulose, uma vez que realizado o ensaio T203 conforme TAPPI, (1999) para determinação de beta, alfa ou gama celulose a partir da polpa não foi obtido êxito, pois a normativa orienta uma coloração visual que não foi identificada, onde a coloração para determinar alfa celulose deveria ser roxa (purple color) e obteve-se a cor preta (figura 4), fato esse que impossibilitou a certeza do experimento. Sendo assim, não obtem-se certeza de qual celulose foi utilizada para a aplicação na pasta cimentícia.

Figura 4: Experimento T203, conforme TAPPI



Fonte: Autora (2021)

A diferença gravimétrica foi assumida como sendo os componentes não celulósicos, principalmente hemicelulose e lignina (ALEMDAR; SAIN, 2008). Para cálculo da eficiência de remoção (R_{eff}) foi aplicada a Equação 2.

Equação 2: Cálculo de eficiência de remoção

$$R_{eff} = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100$$

Fonte: ALEMDAR;SAIN (2008)

Onde: m_i e m_f são a massa inicial e massa final, respectivamente.

3.5. APLICAÇÃO DE CELULOSE EM COMPÓSITO CIMENTÍCIO

3.5.1 Preparação das pastas de cimento

A incorporação de celulose em misturas cimentícias foi testada em pasta de cimento de relação A/C de 0,35, com diferentes teores de fibras celulósicas adicionadas, variando entre 0% até 0,5% em relação à massa de cimento, conforme apresentado na tabela 3.

A celulose foi dispersa em água destilada e mantida sob agitação constante durante 10 min. A suspensão foi acondicionada em misturador mecânico de

movimento planetário sob agitação constante durante 10 minutos, onde foram adicionadas acimento. de modo a respeitar as condições de processamento descritas na NBR 16606:2018, sem nenhuma adição de aditivos químicos para dar trabalhabilidade. Posteriormente, foram moldados corpos de prova prismáticos com dimensões 4 x 4 x 16 cm, em triplicata, os quais foram desmoldados após 24 h, e imersos em água saturada com hidróxido de cálcio por 28 dias, tempo necessário de cura completa para a realização dos ensaios.

Tabela 3: Proporção de água, cimento e celulose

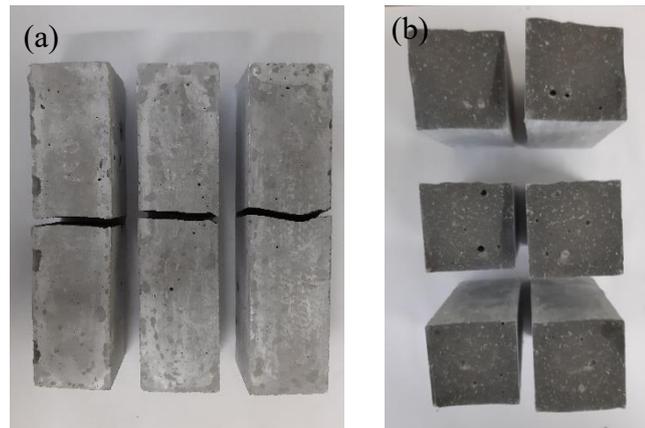
CPs	Água (g)	Cimento (g)	Celulose (%)
Traço 1	525	1500	0,0
Traço 2	525	1500	0,1
Traço 3	525	1500	0,2
Traço 4	525	1500	0,3
Traço 5	525	1500	0,4
Traço 6	525	1500	0,5

Fonte: Autora (2021)

3.5.2 Resistência à tração na flexão das pastas de cimento

O procedimento para determinação da resistência à tração na flexão foi executado de acordo com a NBR 12142 (2010). Com a utilização da prensa hidráulica, os corpos de prova bi-apoiados sobre cutelos, aplicou-se uma força contínua, de forma que o aumento da tensão sobre o corpo de prova esteja compreendido no intervalo de 0,9 Mpa/min a 1,2Mpa/min., em relação ao meio do vão, de forma a produzir uma carga de flexão até a sua ruptura.

Figura 5: Exemplos ilustrativo de ruptura dos CPs



Fonte: Autora (2021)

Os valores de resistência após ensaios foram calculados com a equação 3.

Equação 3: Cálculo de resistência à flexão

$$F_{ct, f} = \frac{1,5 \times F \times L}{b^3}$$

Fonte: NBR 12142 (2010)

Em que:

$F_{ct, f}$: resistência à tração na flexão (MPa);

F: Força máxima registrada na máquina de ensaio (N);

L: dimensão do vão entre os apoios (mm);

b: Largura média do CP (mm).

3.5.3 Resistência à compressão

Para a determinação da resistência à compressão, uma prensa universal com célula de carga de 2000 kN foi utilizada. Todas as medições foram realizadas em triplicata, sendo a média o valor reportado. Foi utilizada a NBR 13279:2005 para a realização dos ensaios.

3.5.4 Determinação da absorção de água

A determinação da absorção de água por imersão das pastas de cimento e índice de vazios, seguiram as prescrições normativas da NBR 9778:2005, após 7 dias de hidratação. Foram determinadas as massas das 18 amostras desmoldadas, sendo corpos de prova prismáticos em triplicata de 4x4x16cm com teores de adição de celulose conforme tabela 3, estas amostras foram levadas por 72 horas na estufa a 105 °C. Em seguida, as amostras foram imersas em água por 72 horas. Os corpos de prova foram novamente pesados em condição saturada e determinou-se o grau de absorção pela equação 4.

Equação 4: Cálculo para determinação de absorção de água

$$A_i = \frac{msat - ms}{ms}$$

Fonte: NBR 9778 (2005)

Onde:

msat: massa da amostra saturada após imersão (g);

ms: massa da amostra seca (g).

O índice de vazios (IV) de cada amostra, foi calculado pela equação 5:

Equação 5: Cálculo IV – índice de vazios

$$IV = \frac{msat - ms}{msat - mi} \times 100$$

Fonte: NBR 9778 (2005)

Onde:

msat: massa da amostra saturada após imersão (g);

ms: massa da amostra seca (g).

mi: massa da amostra saturada imersa (g).

3.5.5 Determinação do grau de hidratação dos compósitos

O processo de determinação de grau de hidratação, conforme adaptado de Pane e Hansen (2005) foi realizado pela calcinação de amostras das pastas produzidas. Para a determinação das massas extraiu-se uma fração de amostra das pastas, com hidratação de 28 dias, de cada uma das diferentes incorporações de celulose, após os ensaios mecânicos para a realização do ensaio do grau de hidratação dos compósitos, onde foram moídas manualmente de forma individual, formando um pó passante na peneira de 75 μm .

Após o processo de moagem, aferiu-se o peso do material e as amostras foram inseridas na estufa para eliminação da água livre presente. Em seguida, foram pesadas e levadas ao forno mufla para a calcinação. O procedimento foi realizado a uma temperatura de 1200 $^{\circ}\text{C}$, por aproximadamente 2 horas (Pane e Hansen, 2005). Após o resfriamento, as massas foram pesadas. O grau de hidratação foi determinado pela equação 6:

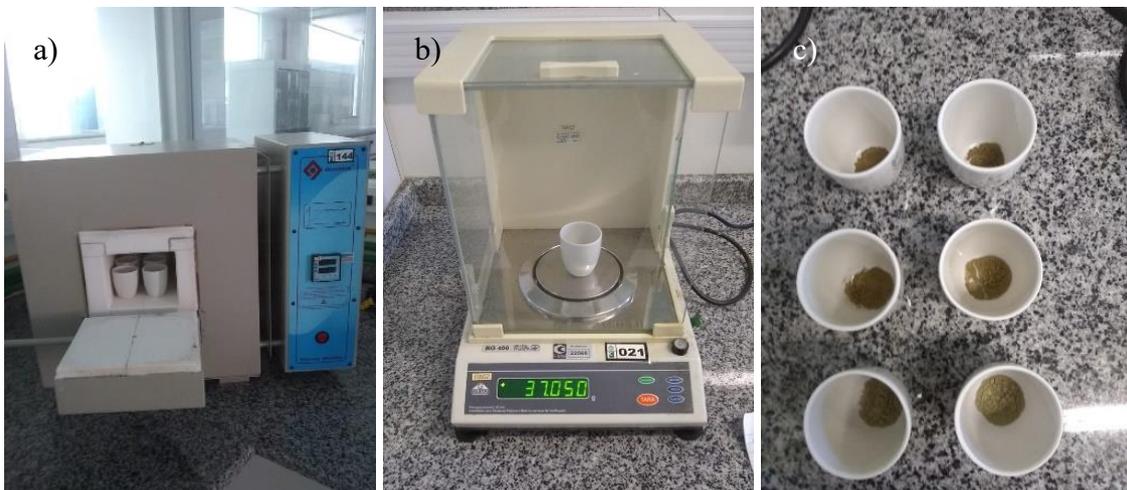
Equação 6: Grau de hidratação dos compósitos

$$GH = \frac{(M105 - M1200) - (M\text{CaCO}_3) - (M\text{cmc})}{(M105 \times 0,23)} \times 100$$

Fonte: NBR 9778 (2005)

Onde: M105: massa das amostra seca a 105 $^{\circ}\text{C}$ na estufa (g); M1200: massa da amostra calcinada a 1200 $^{\circ}\text{C}$ no forno mufla (g); $M\text{CaCO}_3$: massa equivalente de CaCO_3 ; Mcmc: quantidade de celulose microcristalina da mistura

Figura 6: a) Amostras no forno mufla, b) aferição da massa, c) amostras calcinadas



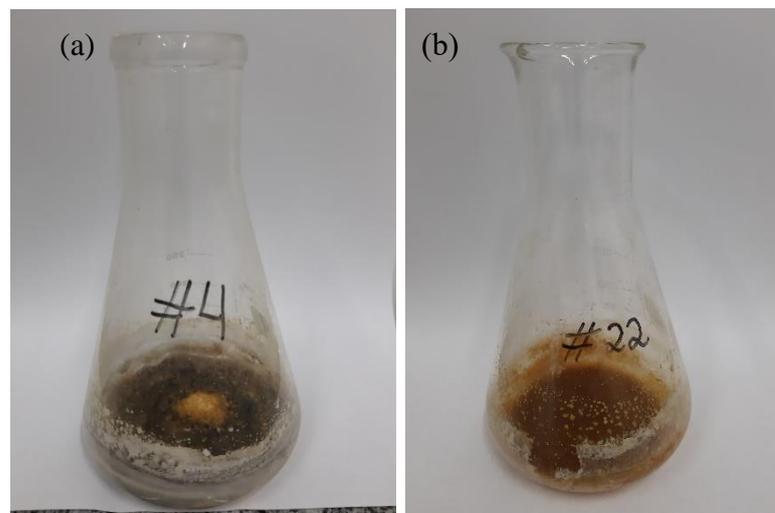
Fonte: Autora (2021)

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: PLANO FATORIAL

Os níveis utilizados e os ensaios experimentais deste estudo estão apresentados na tabela 4. Assim, foi realizado um fatorial completo 2^4 , incluindo 8 pontos axiais e 4 repetições no ponto central. Observa-se que conforme as condições operacionais utilizadas no processo, a eficiência de remoção de componentes não celulósicos variou entre 64,6% e 79,7%. Os pontos centrais para a eficiência de remoção apresentaram uma variação pequena, indicando uma boa repetibilidade do processo. No entanto, alguns ensaios não foram capazes de completar a mercerização devido ao aquecimento, secagem e/ou carbonização, resultando em resposta negativas (figura 7).

Figura 7: Amostras com respostas negativas



Fonte: Autora (2021)

Tabela 4 - Matriz do Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2^4 (valores codificados e reais) com respectivas respostas em termos de eficiência da remoção de componentes não celulósicos

Ensaio	Condições				R _{eff} [%]
	Potência [W]	NaOH [%]	Tempo de reação [min]	Relação [g:mL]	
1	-1 (300)	-1 (6)	-1 (30)	-1 (0,033)	73,7
2	1 (600)	-1 (6)	-1 (30)	-1 (0,033)	-
3	-1 (300)	1 (16)	-1 (30)	-1 (0,033)	73,9
4	1 (600)	1 (16)	-1 (30)	-1 (0,033)	-
5	-1 (300)	-1 (6)	1 (90)	-1 (0,033)	-
6	1 (600)	-1 (6)	1 (90)	-1 (0,033)	-
7	-1 (300)	1 (16)	1 (90)	-1 (0,033)	-
8	1 (600)	1 (16)	1 (90)	-1 (0,033)	-
9	-1 (300)	-1 (6)	-1 (30)	1 (0,011)	67,4
10	1 (600)	-1 (6)	-1 (30)	1 (0,011)	79,7
11	-1 (300)	1 (16)	-1 (30)	1 (0,011)	72,3
12	1 (600)	1 (16)	-1 (30)	1 (0,011)	77,2
13	-1 (300)	-1 (6)	1 (90)	1 (0,011)	-
14	1 (600)	-1 (6)	1 (90)	1 (0,011)	-
15	-1 (300)	1 (16)	1 (90)	1 (0,011)	-
16	1 (600)	1 (16)	1 (90)	1 (0,011)	-
17	-2 (150)	0 (11)	0 (60)	0 (0,0167)	75,7
18	2 (750)	0 (11)	0 (60)	0 (0,0167)	-
19	0 (450)	-2 (1)	0 (60)	0 (0,0167)	-
20	0 (450)	2 (21)	0 (60)	0 (0,0167)	-
21	0 (450)	0 (11)	-2 (0)	0 (0,0167)	64,6
22	0 (450)	0 (11)	2 (120)	0 (0,0167)	-
23	0 (450)	0 (11)	0 (60)	-2 (0,200)	-
24	0 (450)	0 (11)	0 (60)	2 (0,0083)	74,8
25	0 (450)	0 (11)	0 (60)	0 (0,0167)	74,2
26	0 (450)	0 (11)	0 (60)	0 (0,0167)	76,2
27	0 (450)	0 (11)	0 (60)	0 (0,0167)	77,0
28	0 (450)	0 (11)	0 (60)	0 (0,016)	75,3

Fonte: Autora (2021)

Utilizando a ferramenta DOE do software Statistica, foram analisados os possíveis efeitos das variáveis estudadas, bem como sua interação na eficiência da remoção de componentes não celulósicos (SPINELLI, et al., 2021). Através dos resultados obtidos foram calculados os coeficientes de regressão apresentados na tabela 5, considerando uma confiança estatística de 95%. A eficiência da remoção de componentes não celulósicos teve um efeito positivo e significativo na maioria das variáveis estudadas ($p < 0,05$).

Tabela 5 – Coeficientes de regressão para a resposta da eficiência da remoção de componentes não celulósicos

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(13)	p _{valor}	Estimativa por intervalo	
					Limite inferior	Limite superior
Média	75,68	8,23	9,19	0,00	57,89	93,46
Potência (W)(L)	-11,74	3,36	-3,49	0,00	-19,00	-4,48
Potência (W)(Q)	-9,31	3,36	-2,77	0,02	-16,57	-2,05
NaOH (%)(L)	0,11	3,36	0,03	0,97	-7,15	7,37
NaOH (%)(Q)	-18,77	3,36	-5,59	0,00	-26,03	-11,51
Tempo de reação (min)(L)	-23,89	3,36	-7,11	0,00	-31,15	-16,63
Tempo de reação (min)(Q)	-10,70	3,36	-3,18	0,01	-17,96	-3,44
Relação (g:mL)(L)	12,44	3,36	3,70	0,00	5,18	19,70
Relação (g:mL)(Q)	-9,42	3,36	-2,80	0,01	-16,68	-2,16
1L by 2L	-0,48	4,12	-0,12	0,91	-9,37	8,42
1L by 3L	8,15	4,12	1,98	0,07	-0,74	17,04
1L by 4L	10,30	4,12	2,50	0,03	1,41	19,19
2L by 3L	-0,16	4,12	-0,04	0,97	-9,06	8,73
2L by 4L	0,14	4,12	0,03	0,97	-8,76	9,03
3L by 4L	-9,31	4,12	-2,26	0,04	-18,21	-0,42

* W (Watts); L (linear); Q (quadrático); min (minutos); g:mL (gramas:mililitro)

Fonte: Autora (2021)

O modelo, considerando efeitos principais lineares e quadráticos, retornou coeficiente de regressão de $R^2 = 0,90$. A equação 7 descreve a eficiência da remoção de componentes não celulósicos (R_{eff}) previsto pelo modelo em função das variáveis codificadas, que foram estatisticamente significativas.

Equação 7: Eficiência de remoção dos componentes não celulósicos

$$\begin{aligned}
 R_{eff} = & 75.68 - 11.74 \times \text{Potência} - 9.31 \times \text{Potência}^2 - 18.77 \times \text{NaOH}^2 \\
 & - 23.89 \times \text{Tempo de reação} - 10.70 \times \text{Tempo de reação}^2 \\
 & + 12.44 \times \text{Relação} - 9.423 \times \text{Relação}^2 + \text{Potência} \times \text{Relação} \\
 & - \text{Tempo de reação} \times \text{Relação}
 \end{aligned}$$

Fonte: Rodrigues e lemma (2014)

Analisando a tabela 6 para a resposta R_{eff} , verifica-se que a regressão foi significativa ($<0,0001$) e a porcentagem de variação explicada pelo modelo foi de 88,02%. Adicionalmente, a resposta da eficiência da remoção de componentes não celulósicos teve seu modelo validado com 95% de confiança; $F_{Calculado}$ (14,69) maior que $F_{tabelado}$ (2,46).

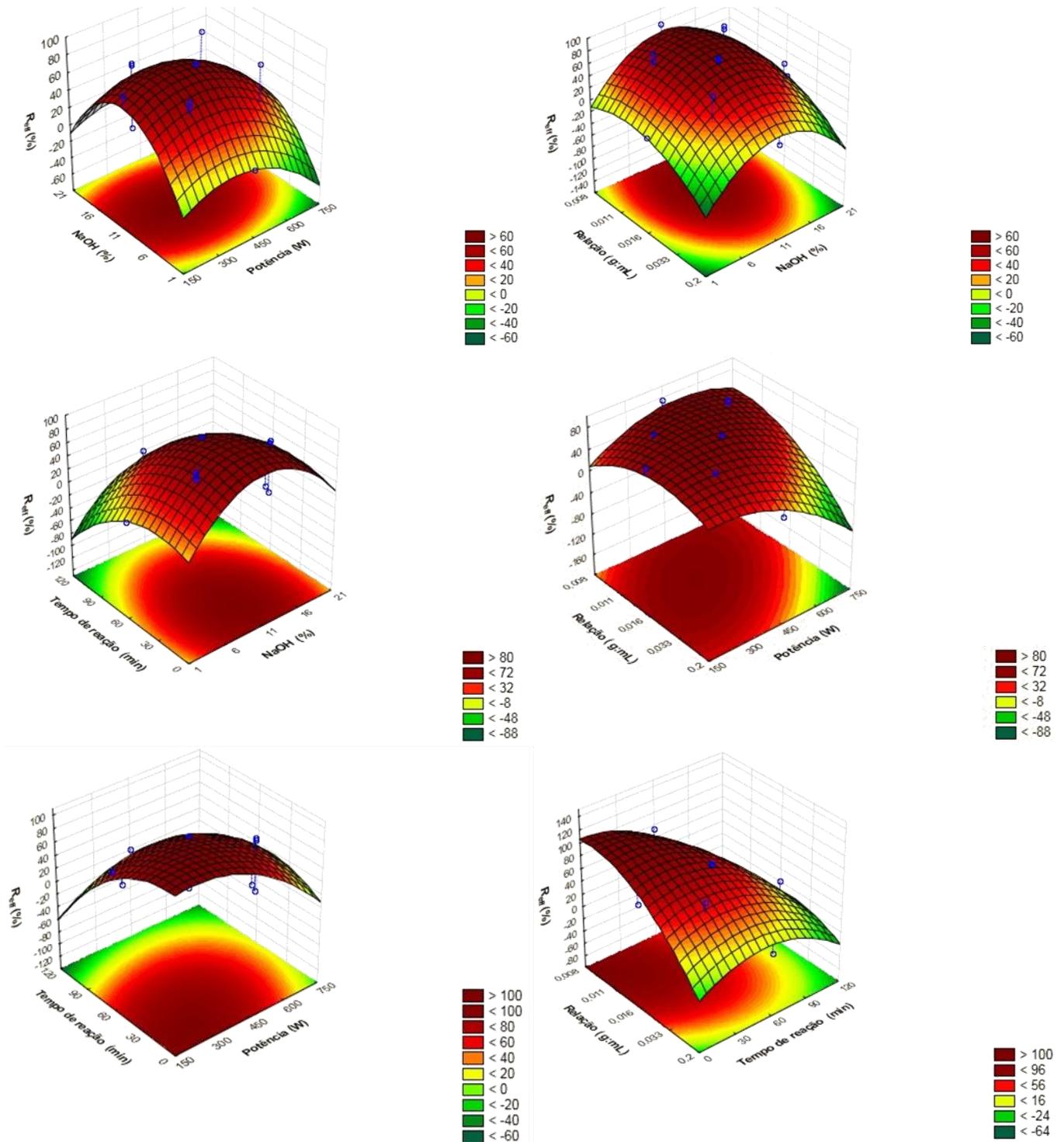
Tabela 6 – ANOVA para a resposta (R_{eff})

Fatores	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cat}	p
Regressão	33740,98	9	3749,00	14,69	$<0,0001$
Resíduos	4592,19	18	255,12		
Total	38333,17	27			

% variação explicada (R^2): 88,02%; F_{tab} : 2,46

As superfícies de resposta são apresentadas na Figura 8. A eficiência da remoção de componentes não celulósicos (R_{eff}) foi afetado por todas as variáveis independentes (potência, NaOH, tempo de reação e relação). Em todas as interações destas variáveis foi encontrado o ponto ótimo para obtenção da maior eficiência na remoção de componentes não celulósicos.

Figura 8: Superfícies respostas para R_{eff} (%) em função da concentração de NaOH e potência (a), relação e NaOH (b), tempo de reação e NaOH (c), relação e potência (d), tempo de reação e potência (e) e relação e tempo de reação (f)



Fonte: A autora (2021)

Uma diminuição da potência de micro-ondas de 2 (750 W) para -2 (150 W), provocou um aumento da R_{eff} , resultando em um valor otimizado de 355,4 W (-

0,63). Inversamente, ocorreu com variável relação, onde se observou que quando há um aumento de -2 (0,2) para 2 (0,0083), a eficiência é melhorada, resultando em um valor ótimo de 0,0125 (g:mL) (0,66). Já o aumento do tempo de reação de 0 para 120 min resultou em menores eficiências na remoção de componentes não celulósicos. Adicionalmente um ponto ótimo de 26,50 min (-1,11) no tempo de reação foi observado na superfície de resposta. A concentração de NaOH foi alcançada no valor real de 11% (0,00289).

Diante do DOE, concluem-se como parâmetros ótimos os seguintes resultados sendo, potência 300 w, concentração de 11%, tempo de 26 min e relação m/v 1:75

4.2 MERCERIZAÇÃO E BRANQUEAMENTO

A celulose se dissolve rapidamente em NaOH aquoso, no entanto, a dissolução é limitada a baixas temperaturas (VÄISÄNEN et al., 2021), desta forma a palha de milho dissolvida apenas em solução de NaOH não apresentou alteração visual em sua coloração, (amarelo/bege claro), mas quando submetida ao micro-ondas pelos 10 min iniciais (num total de 26 minutos), obteve-se um líquido espesso com alteração de coloração (amarelo escuro/marrom), o que era esperado devido a remoção da lignina presente na palha após o procedimento realizado.

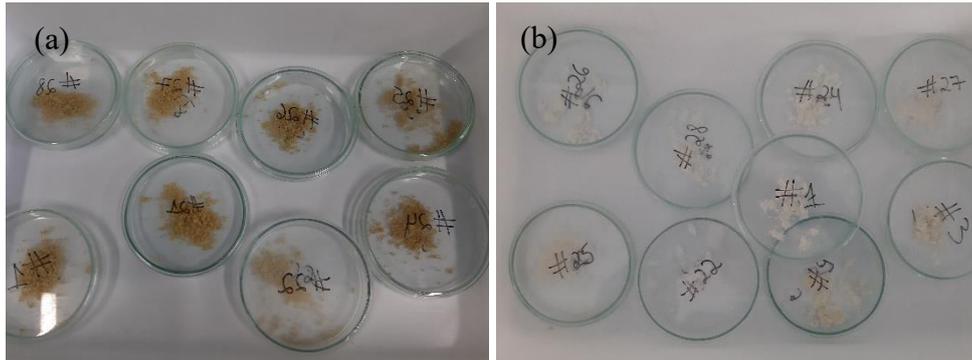
A utilização do micro-ondas neste experimento possibilitou maior agilidade na obtenção dos resultados, assim como menos consumo de energia (BARUAH, 2020), sendo um processo mais econômico e que otimiza tempo.

Observou-se ainda que os procedimentos com mais de 60 minutos absorviam rapidamente a solução aquosa e por muitas vezes incineravam o material, o que resulta na degradação da celulose, sendo prejudicial ao estudo, pois neste caso o material de interesse é justamente a celulose devido suas propriedades mecânicas. Outra condicionante que pode ser associada à carbonização da amostra, é a alta potência utilizada no micro-ondas, onde potências superiores a 600W e inferiores a 300W raramente resultaram em rendimentos ótimos.

Além disso, as amostras após a mercerização no micro-ondas ficaram mais viscosas, precisando serem diluídas com água destilada para permitir filtragem.

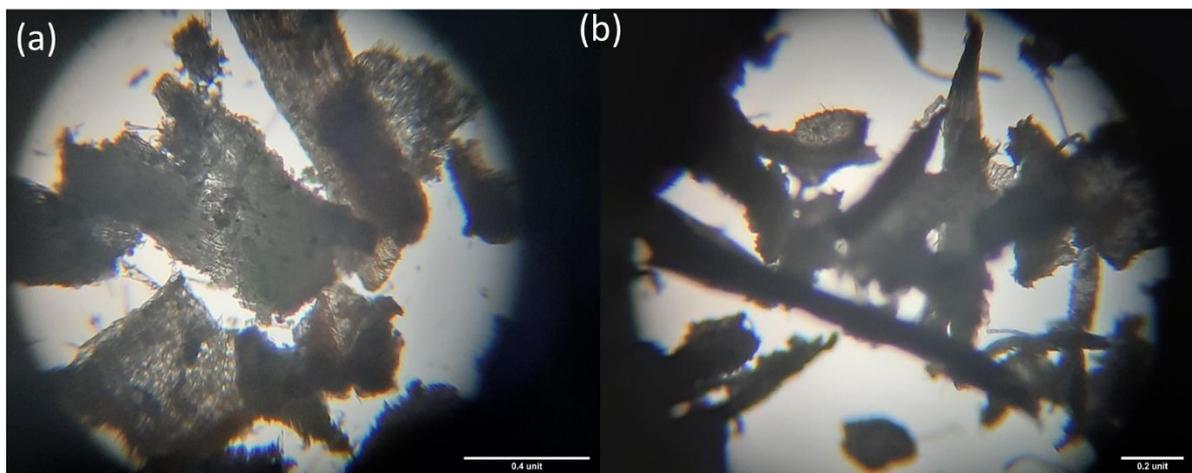
Após o pré-tratamento no micro-ondas e a filtragem do material pode ser visualizado uma tonalidade mais clara quando comparada as amostras com a palha in natura, após o branqueamento, processo de branqueamento com H_2O_2 , a coloração das amostras resultou em uma tonalidade ainda mais clara visualmente (figura 9).

Figura 9: Palha após pré-tratamento(a); Palha após branqueamento(b)



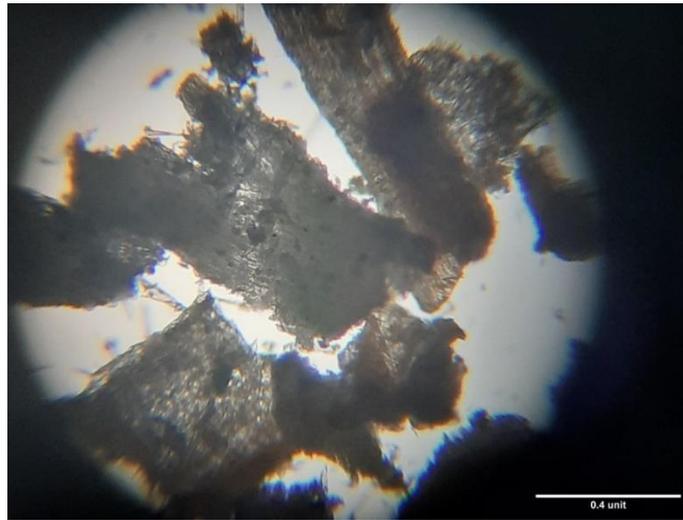
Verificou-se ainda, que após o procedimento as amostras apresentaram redução em seu tamanho aproximadamente 50 %, onde a palha do milho (figura 11) obtinha uma dimensão média de 0,4 mm (figura 12), já após o pré-tratamento e branqueamento para obtenção da celulose de forma pura, as partículas resultaram uma dimensão de 0,2 mm.

Figura 10: Microscopia – 40 x aumento: Palha de milho (a); Palha de milho pós-tratamento (b).



Fonte: A autora (2021)

Figura 11: Microscopia – 40 x aumento: Palha de milho



Fonte: A autora (2021)

Figura 12: Microscopia – 40 x aumento: Palha de milho pós-tratamento



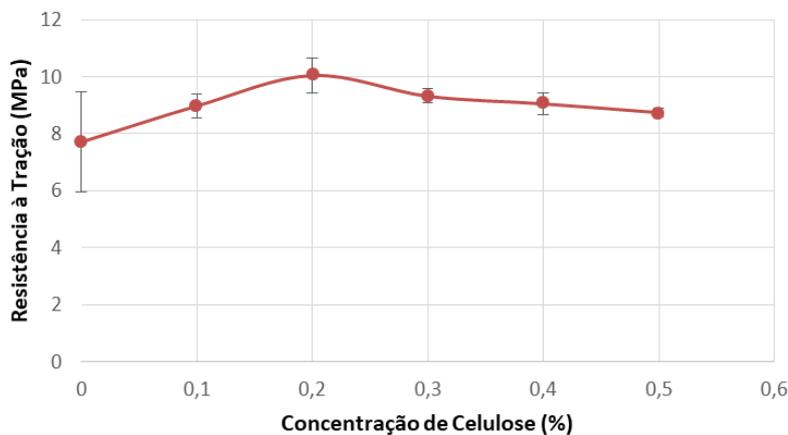
Fonte: A autora (2021)

As diferenças proporções observadas na dimensão das partículas é o resultado do rendimento de celulose, associado com a eficiência de remoção de impurezas, lignina e hemicelulose, onde as diferenças de tamanho na estrutura fibrilar da palha de milho são resultados do processo de pré-tratamento e branqueamento.

4.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Os resultados obtidos no teste de resistência à tração a partir dos corpos de prova, estão apresentados na figura 13, com um valor médio para cada compósito, estes foram realizados após 28 dias de cura da pasta de cimento.

Figura 13 Resistência à tração em relação às adições celulósicas



Fonte: A autora (2021)

Os resultados dos testes indicam que a adição de celulose em pasta de cimento tem um efeito positivo significativo na resistência à tração na flexão, onde se observou o aumento de resistência em menores concentrações, na porcentagem de 0,2%, sendo o teor ótimo para a incorporação conforme resultados obtidos, os CPs atingiram o pico máximo de 10,03 MPa. A melhora nessa propriedade foi de 30,34% em relação ao compósito referência sem incorporação de celulose (0,0%).

Pode ser correlacionado que a adição de celulose microcristalina de forma comercial, também apresentou melhorias nas propriedades mecânicas dos compósitos quando adicionado um percentual de 0,2% em material cimentício, nota-se ainda que maiores percentuais adicionados haja declínio de resistência (LISBOA, et al., 2021).

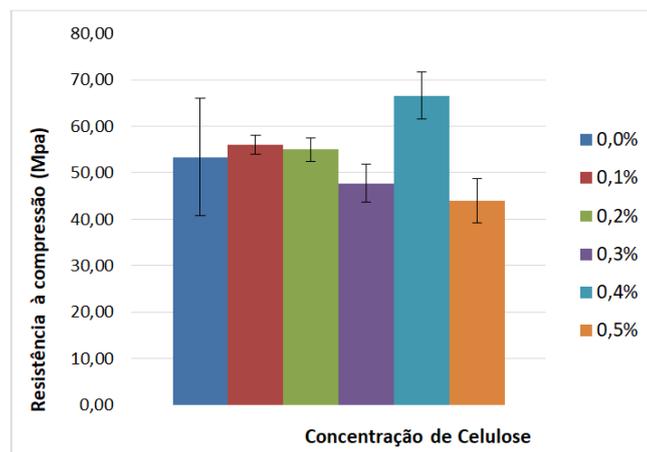
Nas dosagens superiores a 0,2%, há um decréscimo de resistência mecânica, onde a resistência à tração na flexão dos compósitos diminui

gradualmente, fato esse que pode ser descrito pelas interações de água na hidratação do cimento (HOYOS; CRISTIA; VÁZQUEZ, 2013).

Ainda, como complemento, sabe-se que é de suma importância a dispersão da celulose nos compósitos cimentícios garantindo a eficiência das propriedades mecânicas, neste caso, nas dosagens superiores pode-se dizer que houve aglomeração de celulose, ou ainda, uma dificuldade maior de dispersão, quando comparado com menores concentrações de celulose adicionada, o que provoca tensões concentradas nos CPs. O fato de haver aglomeração de celulose pode ser explicado pela não utilização de produto químico, como aglutinante ou plastificante (PARVEEN,2017), ou ainda pode-se subestimar que o tempo que a celulose esteve em agitação magnética não foi o suficiente para dispersar de forma eficiente.

A figura 14, reporta que o desvio padrão apresentado na amostra sem adição de celulose apresenta menos homogeneidade quando comparada as adições 0,1 e 0,2%, indicando que estas amostras originaram um resultado mais uniforme. No entanto, a resistência à compressão nos CPs referências é maior que os CPs com adição de 0,3% e 0,5%, que pode ser atribuído a densidade nos CPs de pasta de cimento.

Figura 14: Resistência à compressão em relação às adições celulósicas



Fonte: A autora (2021)

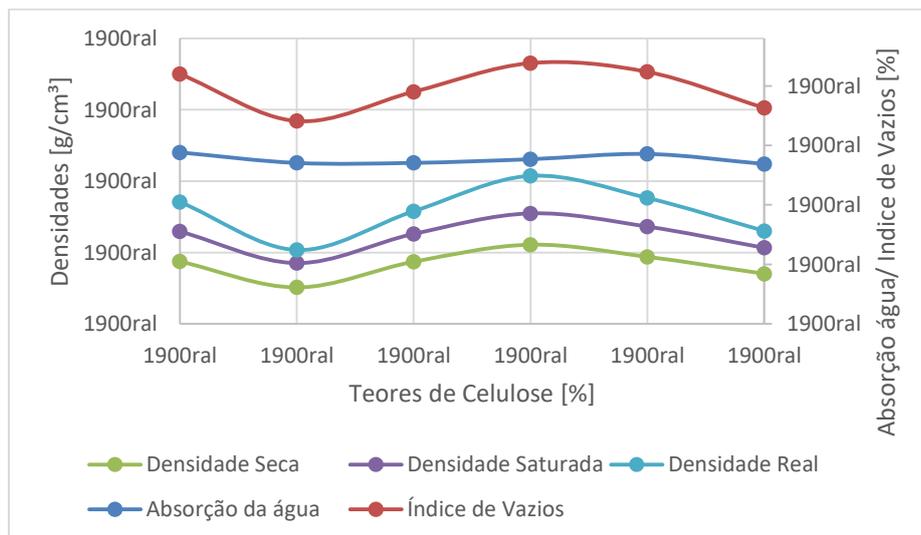
Os aumentos dos teores de fibras celulósicas tendem a diminuir a resistência à compressão (LIU et al., 2019), embora os resultados são mais

elevados em comparação as pastas de cimento referência, onde o aumento máximo pode ser notado na adição de 0,4% de celulose, com uma resistência de 66,59 MPa em 28 dias, sendo 24,75% superior a pasta de cimento referência, devido o módulo de elasticidade e rigidez das fibras.

No estudo reportado por Alzoubi (2020) ,também houve aumento de resistência á compressão com adição de celulose proveniente de resíduos vegetais, sua resistência foi de aproximadamente 37 MPa com adição de 0,5% de nano celulose a partir da palha de trigo, em contra partida com a celulose proveniente a partir da palha do milho nesta mesma adição, obteve-se uma resistência de 43,93 Mpa, embora ambos estudos comprovem que há ganhos de resistência comparando-se aos corpos de prova sem adição (ALZOUBI, 2020).

Na Figura 15, uma correlação inversa é encontrada quando analisamos os CPs, podendo ser estabelecido que as adições de 0,1% e 0,2% são as que possuem menores índices de vazios, o que comprova a densidade dos materiais. Além disso, o grau de hidratação realizado em 7 dias após moldagem dos CPs, volume dos poros e densidade seca auxiliam a compreender o ponto de saturação das adições de celulose nestes compósitos.

Figura 15: Densidade, absorção de água e índice de vazios



Fonte: A autora (2021)

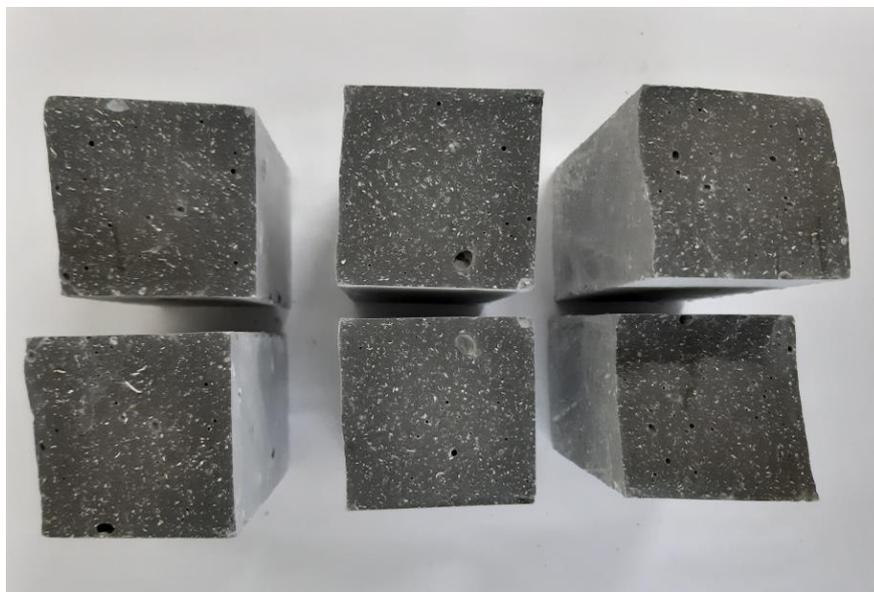
Os CPs com celulose adicionada provenientes das fibras da palha de milho apresentam uma estrutura mais densa em relação aos CPs sem adição

(referência 0,0%), como reportado pela figura 15, as fibras não preencheram os vazios da superfície dos CPs, e a estrutura tornou-se mais densa, devido ao seu tamanho, ou ainda pela sua capacidade de absorção de água de amassamento, as fibras interagem na interface da pasta de cimento interferindo na ligação interfacial entre os agregados e a pasta de cimento, mudando sua característica conforme a porcentagem adicionada, fato este também relatado no estudo de (SILVA et al., 2018), onde a adição de agregados criaram fortes pontes de hidrogênio, aumentando a densidade e captação da água.

Teores de celulose $\geq 0,3\%$ apresentam maior volume de poros em comparação aos com menor adição, reduzindo o grau de hidratação, excedendo o compósito de referência (0,0%).

Em decorrência ao tamanho reduzido dos poros (índice de vazios), a água livre presente se acumula. Com o aumento das concentrações de celulose, o tamanho dos poros cresce, devido a aglomeração da celulose, resultando em um aumento significativo da absorção de água (PARVEEN,2017).

Figura 16: Corpos de provas rompidos



Fonte: A autora (2021)

Na figura 16 observa-se a presença de poros assim como as partículas de celulose de forma bem aparente corroborando sobre o que foi citado anteriormente sobre a aglomeração do material.

5. CONCLUSÃO

Portanto, os resultados sugeriram que o experimento realizado com micro-ondas foi adequado para quebrar a estrutura lignocelulósica, removendo a lignina e a hemicelulose, preservando a celulose quando utilizada temperatura, tempo e relação massa/volume de maneira adequada como testada através do DOE, onde os resultados ótimos foram: 300 W, 26 minutos e relação m/v 75, sucessivamente. O branqueamento não interferiu no experimento, os fatores que tiveram alterações foram apenas para o pré-tratamento.

Os resultados ainda demonstraram que a incorporação de celulose na pasta de cimento melhorou em alguns percentuais de adição. O melhor resultado para a resistência à tração na flexão foi a incorporação de 0,2% de celulose. Já para a resistência à compressão o aumento de 24,75% foi percebido em 0,4% de celulose adicionada.

Observou-se que adições superiores a 0,5% de celulose decaem tanto a resistência à compressão quanto à tração na flexão da pasta de cimento, fato que pode ser explicado pela saturação das fibras na interface da mistura que agem como concentradores de tensões nos compósitos.

Após a realização dos experimentos e os comparativos com a literatura, foi possível reportar que a celulose, independentemente de sua fonte de origem, ou fibra vegetal, ou ainda do procedimento realizado, ela é capaz de aumentar as propriedades mecânicas dos compósitos que possuem sua adição. As variações que podemos observar são na metodologia empregada para cada experimento.

Era de se esperar que a celulose aumentasse os níveis de resistência dos compósitos, uma vez que é ela que dá a estrutura principal para toda a planta.

REFERÊNCIAS

- A.Bentur, S. Mindess, *Fibre Reinforced Cementitious Composites*, second ed., Taylor & Francis, 2007.
- ABNT NBR 9778. Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Norma Brasileira, p. 4, 2009.
- ABNT NBR 12142. Concreto - Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos. Norma Brasileira, p. 5, 2010.
- ABNT NBR 16606. Cimento Portland — Determinação da pasta de consistência normal. Norma Brasileira, p. 8, 2018.
- ABNT NBR 16697. Cimento Portland - Requisitos. Norma Brasileira, p. 12, 2018.
- ABILASH, N., and M. Sivapragash. 2013. Optimizing the delamination failure in bamboo fiber reinforced polyester composite. *Journal of King Saud University-Engineering Sciences*. King Saud University 28 (1):92–102. doi:10.1016/j.jksues.2013.09.004.
- ALEMDAR, Ayse; SAIN, Mohini. Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues - Wheat straw and soy hulls. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 99, n. 6, p. 1664–1671, 2008.
- ALBUQUERQUE, A. C. D., K. Joseph, L. Hecker, D. Carvalho, and J. Roberto. 2000. Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of Uniaxially oriented jute-roving-Reinforced Polyester Composites.
- ALZOUBI, Hussain H.; ALBISS, Borhan A.; ABU SINI, Shatha S. Performance of cementitious composites with nano PCMs and cellulose nano fibers. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 236, p. 117483, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117483>>
- ANJU, T. R.; RAMAMURTHY, K.; DHAMODHARAN, R. Surface modified microcrystalline cellulose from cotton as a potential mineral admixture in cement mortar composite. *Cement and Concrete Composites*, [s. l.], v. 74, p. 147–153, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.09.003>>
- ATALLA, R. H.; Hackney, J. M.; Uhlin, I.; *Int. J. Biol. Macromol.* 1993, 15, 109.
- BAGHESTANY, Ali Akbar; YAZDANI, Saeed; AHMADIAN, Majid. World Trade Market Structure for Corn. **International Journal of Life Sciences**, [s. l.], v. 8, n. 5, p. 1–5, 2015.
- BARBOSA, Luiz C. A. et al. Determinação da relação siringila/guaiacila da lignina em madeiras de eucalipto por pirólise acoplada à cromatografia gasosa e espectrometria de massas (PI-CG/EM). **Química Nova**, [s. l.], v. 31, n. 8, p. 2035–2041, 2008.
- BARUAH, Julie; DEKA, Ramesh Chandra; KALITA, Eeshan. Greener production of microcrystalline cellulose (MCC) from *Saccharum spontaneum* (Kans grass): Statistical optimization. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 154, p. 672–682, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.158>>
- BINOD, Parameswaran et al. Bioethanol production from rice straw: An overview. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 101, n. 13, p. 4767–4774, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2009.10.079>>
- Camani, P.H., Anholon, B.F., Toder, R.R. et al. Microwave-assisted pretreatment of eucalyptus waste to obtain cellulose fibers. *Cellulose* 27, 3591–3609 (2020).
- CAO, Y. et al. The influence of cellulose nanocrystals on the microstructure of cement paste. *Cement and Concrete Composites*, v. 74, p. 164–173, 2016b
- CASTOLDI, Raylane de Souza; SOUZA, Lourdes Maria Silva De; DE ANDRADE

SILVA, Flávio. Comparative study on the mechanical behavior and durability of polypropylene and sisal fiber reinforced concretes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 211, p. 617–628, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.282>>

C.D. Johnston, *Fiber-Reinforced Cements and Concretes*, Taylor & Francis, New York, 2010.

CONAB. Acompanhamento da Safra Brasileira. **Companhia Nacional de Abastecimento: Acompanhamento da Safra Brasileira**, [s. l.], v. 7, n. 6, p. 1–89, 2021.

DESHAVATH, Narendra Naik et al. **Chemical composition analysis of various genetically modified sorghum traits: Pretreatment process optimization and bioethanol production from hemicellulosic hydrolyzates without detoxification**. [s.l.] : Elsevier B.V., 2018. v. 6 Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.08.002>>

FERREIRA, Vitor Francisco; DE CARVALHO DA SILVA, Fernando; FERREIRA, Patricia Garcia. Carboidratos como fonte de compostos para a indústria de química fina. **Química Nova**, [s. l.], v. 36, n. 10, p. 1514–1519, 2013.

FRANCKLIN, H. M. et al. Study of epoxy composites and sisal fibers as reinforcement of reinforced concrete structure. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, [s. l.], v. 12, n. 2, p. 255–287, 2019. GONÇALVES, Fernando Antonio de Castro; AMARAL, Everton Leandro Santos; LOPES, Jucelio Lima. *Fibras Vegetais: Aspectos Gerais, Aproveitamento, Inovação Tecnológica e uso em Compósitos*.

HERLINA SARI, Nasmi et al. Characterization of the Chemical, Physical, and Mechanical Properties of NaOH-treated Natural Cellulosic Fibers from Corn Husks. **Journal of Natural Fibers**, [s. l.], v. 15, n. 4, p. 545–558, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1349707>>

HOSSAIN, Md Uzzal; NG, S. Thomas. Strategies for enhancing the accuracy of evaluation and sustainability performance of building. **Journal of Environmental Management**, [s. l.], v. 261, n. September 2019, p. 110230, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.110230>>

HOYOS, Catalina Gómez; CRISTIA, Emilien; VÁZQUEZ, Analía. **Effect of cellulose microcrystalline particles on properties of cement based composites** *Materials and Design*, 2013.

IBGE. Instituto Brasileiro de geografia e estatística, 2019.

KAPPE, C. Oliver. Controlled microwave heating in modern organic synthesis. **Angewandte Chemie - International Edition**, [s. l.], v. 43, n. 46, p. 6250–6284, 2004.

KLEMM, Dieter et al. Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material. **Angewandte Chemie - International Edition**, [s. l.], v. 44, n. 22, p. 3358–3393, 2005.

LISBOA, Pamela. S. A., MACHADO, Marinara S., Brandes, R., HENTGES, Tatiane Isabel, VANIN, Daniel, V. F. The influence of microcrystalline cellulose on cement pastes early hydration modulus of rupture. **Materials Chemistry and Physics**, p. 124769, 2021.

LIU, Xi et al. Properties of self-compacting lightweight concrete reinforced with steel and polypropylene fibers. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 226, p. 388–398, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.306>>

MARQUES, M. L. et al. *Potencialidades Do Uso De Resíduos De Celulose*

- (Dregs/Grits) Como Agregado Em Argamassas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, [s. l.], v. 16, n. 4, p. 423–431, 2014.
- MEHTA, P. KUMAR; MONTEIRO, Paulo J. M. Concreto: microestrutura, propriedades e materiais. **Ed. São Paulo: IBRACON.**, [s. l.], v. edição 3, 2008.
- MERCI, Aline et al. Properties of microcrystalline cellulose extracted from soybean hulls by reactive extrusion. **Food Research International**, [s. l.], v. 73, p. 38–43, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2015.03.020>>
- MOHAMAD HAAFIZ, M. K. et al. Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from oil palm biomass residue. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 93, n. 2, p. 628–634, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.035>>
- MOHAMMED, M. S.; AHMED, A. E. S. I.; OSMAN, R. M. Microcrystalline cellulose as a reinforcement agent to cement pastes. **Pigment and Resin Technology**, [s. l.], v. 43, n. 2, p. 104–110, 2014.
- MOHANTY A, MISRA M, HINRICHSEN G. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: an overview. *Macromol Mater Eng* 2000;276:1–24.
- MOON, Robert J. et al. **Cellulose nanomaterials review: Structure, properties and nanocomposites**. [s.l: s.n.]. v. 40
- NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. **Tecnologia do concreto**. Porto Alegre.
- NEVILLE, A. ..; BROOKS, J. .. **282130763-Neville-A-m-Brooks-j-j-Tecnologia-Do-Concreto**. Brookman ed. [s.l: s.n.].
- ONUAGULUCHI, O.; BANTHIA, N. Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. *Cement and Concrete Composites*, v. 68, p. 96–108, 2016.
- PANE, I.; HANSEN, W. Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis. *Cement and Concrete Research*, v. 35, n. 6, p. 1155–1164, 2005.
- PARVEEN, Shama et al. A novel approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with enhanced microstructure and mechanical performance. **Cement and Concrete Composites**, v. 78, p. 146-161, 2017.
- PENG, Pai; SHE, Diao. Isolation, structural characterization, and potential applications of hemicelluloses from bamboo: A review. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 112, p. 701–720, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.06.068>>
- PICHANDI, Subramani et al. A green approach of improving interface and performance of plant fibre composites using microcrystalline cellulose. *Carbohydrate Polymers*, [s. l.], v. 197, p. 137–146, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.05.074>>
- Pinto, J., Vieira, B., Pereira, H., Jacinto, C., Vilela, P., Paiva, A., ... & Varum, H. Corn cob lightweight concrete for non-structural applications. *Construction and Building Materials*, 34, 346-351, 2012.
- POUDYAL, Lochana; ADHIKARI, Kushal. Environmental sustainability in cement industry: An integrated approach for green and economical cement production. **Resources, Environment and Sustainability**, v. 4, p. 100024, 2021.
- RAMOS, Luiz Pereira. THE CHEMISTRY INVOLVED IN THE STEAM TREATMENT OF LIGNOCELLULOSIC MATERIALS. **Química Nova**, [s. l.], n. 6, p. 863–871, 2003. Disponível em: <http://quimicanova.sbq.org.br/imagebank/pdf/Vol26No6_863_14-RV02170.pdf>
- REDDY, Narendra; YANG, Yiqi. Properties and potential applications of natural cellulose fibers from cornhusks. **Green Chemistry**, [s. l.], v. 7, n. 4, p. 190–195, 2005.

- Rodrigues, M. I., lemma, A. F. (2014). *Experimental design and process optimization*. CRC Press.
- SALAZAR, R. F. S.; SILVA, G. L. P.; SILVA, M. L. C. P. Study of the composition of corn straw for later use as a support in the preparation of composites. **VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica**, [s. l.], n. July, p. 1–6, 2005.
- SANTOS, Fernando A. et al. Potencial da palha de cana-de-açúcar para produção de etanol. **Química Nova**, [s. l.], v. 35, n. 5, p. 1004–1010, 2012.
- SARI, Herlida; Nasmi et al. Characterization of the Chemical, Physical, and Mechanical Properties of NaOH-treated Natural Cellulosic Fibers from Corn Husks. **Journal of Natural Fibers**, [s. l.], v. 15, n. 4, p. 545–558, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1080/15440478.2017.1349707>>
- SCHNEIDER, Teresa et al. Screening of industrial wastewaters as feedstock for the microbial production of oils for biodiesel production and high-quality pigments. *Journal of Combustion*, v. 2012, 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.1155/2012/153410>>
- SILVA, Everton; MARQUES, Maria; JUNIOR, Celso Fornari. Aplicação De Fibra De Coco Em Matrizes Cimentícias Application of Coconut Fiber in Cementitious Matrix. **Rev. Elet. em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, [s. l.], v. 8, n. 8, p. 1555–1561, 2012. Disponível em: <<http://cascavel.ufsm.br/revistas/ojs-2.2.2/index.php/reget/index%0Ahttp://dx.doi.org/10.5902/223611706096>>
- SILVA, Flávio de Andrade et al. Physical and mechanical properties of durable sisal fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 24, n. 5, p. 777–785, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.10.030>>
- SILVA, Livia et al. **A facile approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with improved microstructure and mechanical performance** *Powder Technology*, 2018.
- SONG, Zilin et al. Comparison of seven chemical pretreatments of corn straw for improving methane yield by anaerobic digestion. **PLoS ONE**, [s. l.], v. 9, n. 4, p. 1–8, 2014.
- SURYANTO, H., E. Marsyahyo, Y. S. Irawan, and R. Soenoko. 2013. Morphology, structure, and mechanical properties of natural cellulose fiber from mendong grass (*Fimbristylis Globulosa*). *Journal of Natural Fibers* 37–41. doi:10.1080/15440478.2013.879087
- TRACHE, Djalal et al. Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 93, p. 789–804, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056>>
- TAYLOR, H. F. W. *Cement chemistry*. 2. ed. Londres. 1997.
- VÄISÄNEN, Saija et al. Cellulose dissolution in aqueous NaOH–ZnO: cellulose reactivity and the role of ZnO. **Cellulose**, [s. l.], v. 9, p. 1267–1281, 2021.
- VIJAYAN, R.; KRISHNAMOORTHY, A. Review on natural fiber reinforced composites. **Materials Today: Proceedings**, [s. l.], v. 16, p. 897–906, 2019. DOI:10.1016/j.matpr.2019.05.175>
- WANG, Ping et al. Effect of physicochemical pretreatments plus enzymatic hydrolysis on the composition and morphologic structure of corn straw. **Renewable Energy**, [s. l.], v. 138, p. 502–508, 2019. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.01.118>>
- YEN, Teh Fu. *Cement Chemistry*. **Chemistry for Engineers**, p. 387–433, 2008.

APÊNDICE 01

Este apêndice refere-se aos valores reais utilizados no planejamento experimental em laboratório para cada uma das variáveis citadas.

Ensaio	POTÊNCIA	CONCENT	MIN.	RELAÇÃO	SOLUÇÃO LIQUIDA	H2O Dest.	gr de NaOH
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄			
1	300	6	30	0,03	1/30	30	1,80
2	600	6	30	0,03	1/30	30	1,80
3	300	16	30	0,03	1/30	30	4,80
4	600	16	30	0,03	1/30	30	4,80
5	300	6	90	0,03	1/30	30	1,80
6	600	6	90	0,03	1/30	30	1,80
7	300	16	90	0,03	1/30	30	4,80
8	600	16	90	0,03	1/30	30	4,80
9	300	6	30	0,01	1/90	90	5,40
10	600	6	30	0,01	1/90	90	5,40
11	300	16	30	0,01	1/90	90	14,40
12	600	16	30	0,01	1/90	90	14,40
13	300	6	90	0,01	1/90	90	5,40
14	600	6	90	0,01	1/90	90	5,40
15	300	16	90	0,01	1/90	90	14,40
16	600	16	90	0,01	1/90	90	14,40
17	150	11	60	0,02	1/60	60	6,60
18	750	11	60	0,02	1/60	60	6,60
19	450	1	60	0,02	1/60	60	0,60
20	450	21	60	0,02	1/60	60	12,60
21	450	11	0	0,02	1/60	60	6,60
22	450	11	120	0,02	1/60	60	6,60
23	450	11	60	0,2	1/5	5	0,55
24	450	11	60	0,0083	1/120	120,00	13,20
25	450	11	60	0,02	1/60	60	6,60
26	450	11	60	0,02	1/60	60	6,60
27	450	11	60	0,02	1/60	60	6,60
28	450	11	60	0,02	1/60	60	6,60